

kk

FF 05 / 03

Set

P

SKRIPSI

DEWI ASRI SETYANINGRUM

**PERBANDINGAN HASIL REAKSI KNOEVENAGEL
PADA SINTESIS ASAM SINAMAT DAN
ASAM-3,4-METILEN-DIOKSI SINAMAT**



**MILIK
PERPUSTAKAAN
UNIVERSITAS AIRLANGGA
SURABAYA**

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS AIRLANGGA
BAGIAN KIMIA FARMASI
SURABAYA
2003**

Lembar Pengesahan

**PERBANDINGAN HASIL REAKSI KNOEVENAGEL
PADA SINTESIS ASAM SINAMAT DAN
ASAM-3,4-METILENDIOKSI SINAMAT**

SKRIPSI

Dibuat untuk memenuhi syarat
mencapai gelar Sarjana Farmasi Pada Fakultas Farmasi
Universitas Airlangga

2003

OLEH :

DEWI ASRI SETYANINGRUM

059812006

SKRIPSI TELAH DISETUJUI
TANGGAL 10 FEBRUARI 2003
OLEH



A handwritten signature in black ink, appearing to read "Tutuk Budiati".

Dr. Tutuk Budiati, MS.
PEMBIMBING UTAMA

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Juni Ekowati".

Dra. Juni Ekowati, MSi.
PEMBIMBING SERTA

RINGKASAN

Asam sinamat dan turunannya memiliki struktur kimia yang mirip dengan tirosin, substrat dari enzim tirosinase. Enzim tirosinase adalah enzim yang mengkatalisis proses pembentukan melanin. Karena sifatnya ini, maka asam sinamat dan turunannya berpotensi untuk digunakan sebagai bahan aktif dalam kosmetika pemutih.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis asam sinamat dari bahan awal benzaldehida, dan sintesis asam-3,4-metilendioksi sinamat dari bahan awal piperonal (3,4-metilendioksi benzaldehida) melalui reaksi Knoevenagel. Sintesis asam sinamat dan turunannya dilakukan melalui reaksi Knoevenagel karena reaksi ini memberikan persentase hasil yang paling banyak dibandingkan dengan kondensasi Claisen, kondensasi Perkin atau reaksi Reformatsky.

Sintesis asam sinamat dan turunannya dilakukan dengan cara memanaskan benzaldehida atau turunannya bersama asam malonat dalam suasana basa yang sangat lemah pada suhu 90 °C selama 2,5 jam. Dari hasil reaksi diperoleh kristal putih asam sinamat dengan jarak lebur 124,6-126 °C dan persentase berat 37,6 %. Sedangkan turunan asam sinamat yaitu asam-3,4-metilendioksi sinamat berupa kristal putih yang mempunyai jarak lebur 175,3-178 °C dan persentase berat hasil 11,06%.

Identifikasi senyawa hasil reaksi dilakukan dengan menggunakan uji kromatografi lapis tipis, spektrofotometri Ultra Violet, spektrofotometri Infra Merah, dan spektrometri Resonansi Magnetik Inti. Pada uji kromatografi lapis tipis digunakan 3 eluen yang memiliki kepolaran berbeda. Pada eluen heksana-kloroform-asam asetat (5:1:4) dan eluen kloroform-aseton-asam asetat (20:10:1) diperoleh R_f yang identik antara asam sinamat standart dan senyawa hasil reaksi. Sedangkan pada eluen kloroform-aseton-asam asetat (15:15:1) diperoleh perbedaan R_f antara asam sinamat standart dan asam sinamat hasil sintesis.

Uji kromatografi yang dilakukan pada asam-3,4-metilendioksi sinamat bertujuan membandingkan dengan senyawa awal yaitu piperonal. Dari 3 eluen yang digunakan, yaitu kloroform-aseton-asam asetat (20:10:1), kloroform-etanol (15:1) dan kloroform-etanol (15:3) diperoleh R_f yang berbeda antara senyawa awal, piperonal dan senyawa hasil sintesis, asam-3,4-metilendioksi sinamat. Dari R_f yang telah diketahui, dapat disimpulkan bahwa senyawa awal dan senyawa hasil sintesis berbeda.

Dari identifikasi dengan menggunakan metode spektrofotometri Ultra Violet, pada asam sinamat diperoleh 2 puncak yaitu pada panjang gelombang 214 nm dan 268 nm. Panjang gelombang maksimum diperoleh pada 268 nm. Pada asam-3,4-metilendioksi sinamat diperoleh 4 puncak yaitu pada panjang gelombang 214 nm, 234 nm, 286 nm dan 322 nm dan panjang gelombang maksimum pada 214 nm. Pada identifikasi bahan awal juga diperoleh 4 puncak yaitu pada panjang gelombang 206 nm, 232 nm, 272 nm dan 312 nm dan panjang gelombang maksimum pada 206 nm. Dari perbandingan puncak dan panjang

gelombang maksimum tersebut dapat disimpulkan bahwa senyawa awal, piperonal telah berubah.

Dari identifikasi dengan menggunakan metode Spektrofotometri Infra Merah, pada spektra asam sinamat dan asam-3,4-metilendioksi sinamat terdapat kemiripan yaitu pada daerah serapan C=O karbonil. Asam sinamat memberikan serapan dengan puncak yang tajam pada $1680,15\text{cm}^{-1}$, sedangkan asam-3,4-metilendioksi sinamat memberikan puncak yang tajam pada $1693,65\text{cm}^{-1}$. Sementara itu C-H ulur dan O-H ulur dari senyawa asam dan cincin benzena saling tumpang tindih pada daerah $3550\text{-}2500\text{cm}^{-1}$. Asam-3,4-metilendioksi sinamat dan piperonal memiliki kesamaan spektra yaitu pada $1037,80\text{ cm}^{-1}$ dan $927,84\text{ cm}^{-1}$.

Dari identifikasi dengan menggunakan metode spektrometri Resonansi Magnetik Inti, asam sinamat memberikan 2 puncak doublet dari proton pada atom C ikatan rangkap, yaitu pada $\delta 6,45\text{ ppm}$ dan $\delta 7,80\text{ ppm}$. sedangkan proton dari cincin aromatik memberikan puncak doublet yang lebih tinggi, pada $\delta 7,47\text{ ppm}$. Asam-3,4-metilendioksi sinamat menimbulkan beberapa puncak doublet yaitu dari proton pada atom C ikatan rangkap dan dari cincin aromatik. Proton dari atom C ikatan rangkap mengalami pergeseran kimia pada $\delta 6,27\text{ ppm}$ dan $\delta 7,59\text{ ppm}$. Atom H pada inti aromatik menunjukkan resonansi pada $\delta 6,876\text{ ppm}$, $\delta 7,037\text{ ppm}$, $\delta 7,130\text{ ppm}$. Gugus metilen (O-CH₂-O) mempunyai $\delta 5,90\text{ ppm}$.

Pada penelitian ini, reaksi dilakukan pada kondisi yang sama. Dari hasil reaksi diperoleh kristal putih asam sinamat 37,6% dan kristal putih asam-3,4-metilendioksi sinamat 11,06%. Dari hasil yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa gugus metilen dioksi pada benzaldehida dapat menurunkan persentase hasil pada sintesis turunan asam sinamat melalui reaksi Knoevenagel.

ABSTRACT

Anti Inflammatory Activity Assay of Standaridized Product of *Phyllanthus niruri* in Rats by Carrageenan Induced

We investigated the Anti Inflammatory Activity from standardized product of *Phyllanthus niruri* and compared its effect with an Anti Inflammatory agent indometacin in rats. The tested substance were standardized product of *Phyllanthus niruri*, which were dissolved in 0,5% CMC-Na solution and arranged in 3 doses : dose I 15.375 mg / 200 g body weight, dose II 30.75 mg / 200 g body weight, and dose III 61.50 mg / 200 g body weight (each dose equivalent with 5 mg, 10 mg and 20 mg total flavonoid respectively). We evaluated the Anti Inflammatory Activity of standardized extract product of *Phyllanthus niruri* by measuring the inhibition of oedema volume. The substance were given per oral, 0.5 h after carrageenan 1 % suspension were given 0.05 ml intraplantar into the right paw rats. The oedema volume were measured with the plethysmometer which work

After analysed with anava two way ($\alpha = 0.05$) the result showed that there were significant difference between the control negative group with all the test dose. This result showed that the standardized product of *Phyllanthus niruri* had an inflammatory activity at dose 15.375 mg / 200 g body weight, dose II 30.75 mg / 200 g body weight, and dose III 61.50 mg / 200 g body weight (each dose equivalent with 5 mg, 10 mg and 20 mg total flavonoid respectively)

Key Word : Standardized Product of *Phyllanthus niruri*, Indometacin, Carrageenan, Rats, Plethysmometer, Anti Inflammatory Activity.